

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-161258

(43)Date of publication of application : 04.06.2002

(51)Int.CI.

C09J 7/02
C09J133/00
C09K 21/02
C09K 21/04

(21)Application number : 2000-362138

(71)Applicant : S LIONTEC CORP

(22)Date of filing : 29.11.2000

(72)Inventor : NISHIMURA HIROAKI
MASUDA AKIYOSHI
SAKAI TAKAHIRO

(54) FLAME-RETARDANT ADHESIVE TAPE AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a flame-retardant adhesive tape which has good basic adhesion characteristics such as good adhesive force and good holding force and has high flame retardancy, and to provide a method for producing the same.

SOLUTION: This flame-retardant adhesive tape is produced by coating a substrate with a solvent-free photocurable adhesive prepared by adding a flame retardant to a photocurable adhesive consisting mainly of at least an alkyl (meth)acrylate monomer, a polar group-containing monomer, a photoactive functional group-containing acrylic polymer, and a photopolymerization initiator, characterized by compounding 5 to 50 pts.wt. of a phosphorous compound and 10 to 200 pts.wt. of hydrated alumina as the flame retardant per 100 pts.wt. of the above-described photocurable adhesive.

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-161258

(P2002-161258A)

(43)公開日 平成14年6月4日(2002.6.4)

(51)Int.Cl.⁷

C 09 J 7/02

133/00

C 09 K 21/02

21/04

識別記号

F I

デマコト⁷(参考)

C 09 J 7/02

133/00

C 09 K 21/02

21/04

Z 4 H 0 2 8

4 J 0 0 4

4 J 0 4 0

審査請求 未請求 請求項の数6 O L (全 9 頁)

(21)出願番号

特願2000-362138(P2000-362138)

(22)出願日

平成12年11月29日(2000.11.29)

(71)出願人 000194332

株式会社スリオンテック

神奈川県川崎市多摩区登戸3819番地

(72)発明者 西村 裕章

神奈川県川崎市多摩区登戸3819番地 株式
会社スリオンテック内

(72)発明者 増田 晃良

神奈川県川崎市多摩区登戸3819番地 株式
会社スリオンテック内

(74)代理人 100075753

弁理士 和泉 良彦 (外2名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 難燃性粘着テープ及びその製造方法

(57)【要約】

【課題】 粘着力や保持力等の粘着基本特性が良好で、かつ、高い難燃性を有する難燃性粘着テープ及びその製造方法を提供すること。

【解決手段】 少なくとも(メタ)アクリル酸アルキルエステル単量体と、極性基含有単量体と、光活性官能基を有するアクリル系高分子量体と、光重合開始剤とを主成分とする光硬化性粘着剤中に、難燃剤を添加した無溶剤型光硬化性粘着剤を基材上に塗工してなる難燃性粘着テープにおいて、上記光硬化性粘着剤100重量部に対して、上記難燃剤として、リン系化合物5~50重量部及び水和アルミナ10~200重量部を配合する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】少なくとも(メタ)アクリル酸アルキルエステル単量体と、極性基含有単量体と、光活性官能基を有するアクリル系高分子量体と、光重合開始剤とを主成分とする光硬化性粘着剤中に、難燃剤を添加した無溶剂型光硬化性粘着剤を基材上に塗工してなる難燃性粘着テープにおいて、上記光硬化性粘着剤100重量部に対して、上記難燃剤として、リン系化合物が5～50重量部配合されてなることを特徴とする難燃性粘着テープ。

【請求項2】少なくとも(メタ)アクリル酸アルキルエステル単量体と、極性基含有単量体と、光活性官能基を有するアクリル系高分子量体と、光重合開始剤とを主成分とする光硬化性粘着剤中に、難燃剤を添加した無溶剂型光硬化性粘着剤を基材上に塗工してなる難燃性粘着テープにおいて、上記光硬化性粘着剤100重量部に対して、上記難燃剤として、リン系化合物が5～50重量部及び水和アルミナが10～200重量部配合されてなることを特徴とする難燃性粘着テープ。

【請求項3】少なくとも(メタ)アクリル酸アルキルエステル単量体と、極性基含有単量体と、光活性官能基を有するアクリル系高分子量体と、光重合開始剤とを主成分とする光硬化性粘着剤中に、難燃剤を添加した無溶剂型光硬化性粘着剤を基材上に塗工してなる難燃性粘着テープにおいて、上記光硬化性粘着剤100重量部に対して、上記難燃剤として、無機コートを施した安定化赤リン難燃剤が5～50重量部配合されてなることを特徴とする難燃性粘着テープ。

【請求項4】少なくとも(メタ)アクリル酸アルキルエステル単量体と、極性基含有単量体と、光活性官能基を有するアクリル系高分子量体と、光重合開始剤とを主成分とする光硬化性粘着剤中に、難燃剤を添加した無溶剂型光硬化性粘着剤を基材上に塗工してなる難燃性粘着テープにおいて、上記光硬化性粘着剤100重量部に対して、上記難燃剤として、無機コートを施した安定化赤リン難燃剤が5～50重量部及び水和アルミナが10～200重量部配合されてなることを特徴とする難燃性粘着テープ。

【請求項5】酸素指数が23以上、且つ、粘着力が3～8N/10mmであることを特徴とする請求項1乃至請求項4のいずれかに記載の難燃性粘着テープ。

【請求項6】請求項1乃至請求項4のいずれかに記載の難燃剤を含む上記無溶剂型光硬化性粘着剤を基材上に5～500μm厚に塗工して形成した光硬化性粘着剤層を硬化する際に、不活性ガス雰囲気下、あるいは、透明な保護フィルムを上から被せながら、上記光硬化性粘着剤層を光照射により硬化させて作製したことを特徴とする難燃性粘着テープの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、アクリル系光硬化

性粘着剤中に難燃剤を添加した無溶剂型光硬化性粘着剤を基材上に塗工した難燃性粘着テープ及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、電気・電子分野などの業界では、製品の高性能化、高機能化、多品種化などに伴い、部品の接合に使用される接着剤や粘着剤には高難燃性、高耐熱性、高接着性、高信頼性などの要求が高まりつつある。特に、作業性の効率向上や作業環境性の向上などの観点から、液状接着剤に替わってテープ状やシート状の粘着剤を用いて各種部品を接合することが多くなっている。

【0003】この粘着テープに難燃性を付与するためには、従来より、ハロゲン系の難燃剤と酸化アンチモンとを併用することにより難燃化するのが一般的であったが、ハロゲン系難燃剤は燃焼時に人体に毒性のあるハロゲン系ガスを発生することや、機器などを腐食せしめる原因となることがあり、ハロゲン系難燃剤を使用しないタイプの難燃化方法が急がれている。

【0004】このハロゲン系難燃剤を使用しない難燃化方法としては、水酸化マグネシウムや水酸化アルミニウム等の水和金属化合物を配合することが知られているが、高い難燃効果を得るためにには、粘着剤中に大量に配合しなければならず、それにより粘着特性が損なわれるという問題があった。

【0005】また、特開平8-193187号公報には、難燃剤としてポリリン酸アンモニウムなどの含窒素リン化合物と赤リンとの混合物を用いた粘着テープが提案されている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、特開平8-193187号公報に記載の粘着テープは、難燃剤として赤リンを使用しているため、ホスフィンガスが発生するという問題があった。

【0007】本発明の目的は、上記課題を解決するためになされたものであり、難燃剤として、リン系化合物、特に、無機コートを施した安定化赤リン難燃剤を用いることにより、ホスフィンガスの発生を抑え、さらに光活性官能基を有するアクリル系高分子量体をベースポリマーとして使用することにより、良好な粘着特性を併せ持つ難燃性粘着テープが得られることを見出し、本発明に至ったものである。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明の目的を達成するために、本発明は特許請求の範囲に記載のような構成とするものである。

【0009】すなわち、本発明は、少なくとも(メタ)アクリル酸アルキルエステル単量体と、極性基含有単量体と、光活性官能基を有するアクリル系高分子量体と、光重合開始剤とを主成分とする光硬化性粘着剤中に、難

燃剤を添加した無溶剤型光硬化性粘着剤を基材上に塗工してなる難燃性粘着テープにおいて、上記光硬化性粘着剤100重量部に対して、上記難燃剤として、リン系化合物を5～50重量部配合する。

【0010】また、本発明は、少なくとも(メタ)アクリル酸アルキルエステル単量体と、極性基含有単量体と、光活性官能基を有するアクリル系高分子量体と、光重合開始剤とを主成分とする光硬化性粘着剤中に、難燃剤を添加した無溶剤型光硬化性粘着剤を基材上に塗工してなる難燃性粘着テープにおいて、上記光硬化性粘着剤100重量部に対して、上記難燃剤として、リン系化合物を5～50重量部及び水和アルミナを10～200重量部配合する。

【0011】また、本発明は、少なくとも(メタ)アクリル酸アルキルエステル単量体と、極性基含有単量体と、光活性官能基を有するアクリル系高分子量体と、光重合開始剤とを主成分とする光硬化性粘着剤中に、難燃剤を添加した無溶剤型光硬化性粘着剤を基材上に塗工してなる難燃性粘着テープにおいて、上記光硬化性粘着剤100重量部に対して、上記難燃剤として、無機コートを施した安定化赤リン難燃剤を5～50重量部配合する。

【0012】また、本発明は、少なくとも(メタ)アクリル酸アルキルエステル単量体と、極性基含有単量体と、光活性官能基を有するアクリル系高分子量体と、光重合開始剤とを主成分とする光硬化性粘着剤中に、難燃剤を添加した無溶剤型光硬化性粘着剤を基材上に塗工してなる難燃性粘着テープにおいて、上記光硬化性粘着剤100重量部に対して、上記難燃剤として、無機コートを施した安定化赤リン難燃剤を5～50重量部及び水和アルミナを10～200重量部配合する。

【0013】また、これらの場合、酸素指数を2.3以上、且つ、粘着力を3～8N/10mmとする。

【0014】また、上記難燃性粘着テープを製造する方法において、上記難燃剤を含む上記無溶剤型光硬化性粘着剤を基材上に5～500μm厚に塗工して形成した光硬化性粘着剤層を硬化する際に、不活性ガス雰囲気下、あるいは、透明な保護フィルムを上から被せながら、上記光硬化性粘着剤層を光照射により硬化させる。

【0015】

【発明の実施の形態】本発明の難燃性粘着テープは、少なくとも(メタ)アクリル酸アルキルエステル単量体と、極性基含有単量体と、光活性官能基を有するアクリル系高分子量体と、光重合開始剤とを主成分とする光硬化性粘着剤100重量部に対してリン系化合物を5～50重量部、又はリン系化合物を5～50重量部と水和アルミナを10～200重量部配合した無溶剤型光硬化性粘着剤を基材に塗工したことを特徴とするもので、燃焼時に有毒であるハロゲン系ガスやホスフィンガスを発生せず、また、人体に悪影響のあるアンチモンを含まず、

粘着力や保持力等の粘着基本特性に優れ、且つ、難燃性を有する。

【0016】ここで使用されるリン系化合物は、リン酸エステル、芳香族縮合リン酸エステル、ポリリン酸アンモニウム、赤リンであり、具体的には、リン酸エステルとしては、大八化学工業社製の商品名TMP、TEP、TPP、TCP、TXP、CDP、PX-110、芳香族縮合リン酸エステルとしては、大八化学工業社製の商品名CR-733S、CR-741、CR-747、PX-200、赤リンとしては、日本化学工業社製の商品名CP-A15、TP-10、CP-A15F、TP-10F、ヒシガードセーフPM-13、PM-24、PM-31、ヒシガードホワイトCP、TPなどの無機コート安定化赤リン難燃剤が挙げられる。

【0017】リン系化合物は、燃焼時に分解して、リン酸又はポリリン酸を生成し、それが更に炭化層膜を形成し、テープを熱と酸素から遮断することにより、難燃性を発現する。

【0018】また、ここで併用される水和アルミナは、特に限定されないが、比表面積が5m²/g以下で、平均粒子径が3μm以上25μm以下のものである。この範囲にない水和アルミナを用いると、粘着剤の加工性、沈降性等に影響を与える。具体的には、昭和電工社製の商品名H-21、H-31、H-32、H-42Sなどが挙げられる。

【0019】水和アルミナは、結晶水が300°C付近において脱水吸熱反応を起こし、難燃性を発現する。また、リン系化合物の着火温度も300°C付近にあるので、水和アルミナと併用することにより、難燃効果を高めることができる。

【0020】一般に、上記難燃剤の配合量が多すぎると粘着力の低下を招き、少な過ぎると難燃性の効果が低くなり、規格上の難燃特性を満足しなくなる場合があるが、難燃剤にリン系化合物だけを用いた場合には、その配合量が50重量部を超えると、上記したように、リン系化合物は、燃焼することにより初めて難燃効果を発現するので、可燃リッチな状態となり、難燃効果が低下する。

【0021】本発明で使用される光活性官能基を有するアクリル系高分子量体は、塗工性などの作業性を向上させるために使用される。上記アクリル系高分子量体としては、重量平均分子量が20万～300万であり、且つ、光活性官能基含有量が0.01～2.0ミリ当量/gであるものが良い。

【0022】上記光活性官能基をアクリル系高分子量体に導入する方法としては、通常、アクリル系高分子量体の側鎖にあるヒドロキシル基を(メタ)アクリロイルオキシ基を有するイソシアネート化合物(例えば、2-メタクリロイルオキシエチルイソシアネートなど)と反応させる方法などがある。このようにして、(メタ)アクリ

リロイルオキシ基などの光活性官能基を有するアクリル系高分子量体を得ることができる。しかし、その導入方法は、特に限定されるものではない。このアクリル系高分子量体は、アクリル系单量体などに溶解して使用される。

【0023】上記光活性官能基を有するアクリル系高分子量体の重量平均分子量が20万より小さい場合には、塗工性などを考慮して、数千～数万cPの高粘度の粘着組成を得ることが難しく好ましくない。また、重量平均分子量が300万より大きい場合には、粘着テープの特性上、特に問題はないが、アクリル系高分子量体を量産的に製造することが難しく、好ましくない。

【0024】なお、粘着剤組成中の上記光活性官能基を有するアクリル系高分子量体の配合は、目的とする粘着特性や塗工する際の粘度に応じて調整されるが、通常、粘着剤組成において5～50重量%で使用される。光活性官能基を有するアクリル系高分子量体の主成分は、通常、(メタ)アクリル酸アルキルエステル单量体と極性基含有单量体との共重合体、例えば、アクリル酸2-エチルヘキシルとアクリル酸との共重合体、アクリル酸イソオクチルとメタクリル酸2-ヒドロキシエチルとの共重合体、アクリル酸2-エチルヘキシルとアクリル酸とメタクリル酸2-ヒドロキシエチルとの三元共重合体等が使用されるが、特にこれらに限定されるものではない。

【0025】上記した(メタ)アクリル酸アルキルエステル单量体としては、例えば、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、2-エチルヘキシル基、オクチル基、イソオクチル基、ノニル基、イソノニル基、デシル基などで代表される通常、炭素数が20以下のアルキル基を有する(メタ)アクリル酸のエステル等が挙げられる。なお、上記した(メタ)アクリル酸アルキルエステルは、単独もしくは2種以上で使用される。

【0026】また、上記した極性基含有单量体としては、アクリル酸、メタクリル酸、イタコン酸、メタクリル酸2-ヒドロキシエチル、メタクリル酸2-ヒドロキシプロピル、アクリル酸ジメチルアミノエチル、アクリロニトリル、メタクリロニトリル、N-ビニル-2-ビロリドン等で代表される、分子中にカルボキシル基、水酸基、アミノ基等の極性基を有する重合性不饱和单量体等が挙げられる。

【0027】上記した極性基含有单量体の配合量は、上記した(メタ)アクリル酸アルキルエステル99～70重量%に対して、1～20重量%であることが好ましい。上記極性基含有单量体の配合量が1重量%より少ない場合には、粘着テープの粘着力が低下し、また、その配合量が20重量%より多い場合にも、粘着テープの粘着力が低下し、いずれの場合にも好ましくない。なお、上記した極性基含有单量体は、単独もしくは2種類以上

で使用される。

【0028】本発明で使用される光重合開始剤としては、一般に、ビニル基や(メタ)アクリロイルオキシ基などのラジカル光重合に使用される通常の光重合開始剤や紫外線硬化型樹脂の硬化に使用されるラジカル光重合開始剤が使用できる。例えば、ベンゾイン、ベンゾインメチルエーテル、ベンゾインエチルエーテル、トリクロアセトフェノン、ベンゾフェノン、ベンジルなどの化合物が使用できる。

【0029】また、チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社から販売されている下記のような光重合開始剤も使用できる。例えば、2、2-ジメトキシ-1、2-ジフェニルエタン-1-オン(チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社のイルガキュア651)などのベンジルジメチルケタール系化合物、1-ヒドロキシクロヘキシルフェニルケトン(チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社のイルガキュア184)、2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニルプロパン-1-オン(チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社のダロキュア1173)などの α -ヒドロキシケトン系化合物、2-ベンジル-2-ジメチルアミノ-1-(4-モルフォリノフェニル)ブタノン-1(チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社のイルガキュア369)などの α -アミノケトン系化合物、ビス(2、4、6-トリメチルベンゾイル)フェニルfosfinオキサイド(チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社のイルガキュア819)などのビスアシルfosfinオキサイド系化合物、ビス(2、6-ジメトキシベンゾイル)-2、4、4-トリメチルベンチルfosfinオキサイドとダロキュア1173との1:3混合物(チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社のイルガキュア1700)、ビス(2、6-ジメトキシベンゾイル)-2、4、4-トリメチルベンチルfosfinオキサイドなどのビスアシルfosfinオキサイドとイルガキュア184との1:1混合物(チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社のイルガキュア1850)、ベンゾインエチルエーテル、ベンゾインイソプロピルエーテルなどのベンゾインエーテル系化合物等が挙げられる。特に、光照射により光重合開始剤1分子より2個以上の活性種(ラジカル)を発生するビスアシルfosfinオキサイド系化合物などの光重合開始剤が好ましい。

【0030】これらの光重合開始剤は、上記光活性官能基を有するアクリル系高分子量体100重量部に対して、0.01～5重量部の割合で使用されることが好ましい。その使用量が0.01重量部より少ないと場合には、光硬化反応を十分に完了させるのが難しく、また、その使用量が5重量部より多い場合には、得られる粘着剤重合体の分子量が小さくなり、いずれの場合にも、粘着テープの特性上好ましくない。

【0031】また、上記光活性官能基を有するアクリル

系高分子量体からなる粘着剤に架橋剤として、多官能光重合性化合物が使用される場合がある。この場合、上記光活性官能基を有するアクリル系高分子量体100重量部に対して、0.01～5重量部程度の多官能(メタ)アクリル系モノマーなどの多官能光重合性化合物が使用される。上記多官能光重合性化合物としては、ヘキサンジオール(メタ)アクリレート、ネオペンチルジ(メタ)アクリレート、ペントエリスリトールジ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、ジベンタエリスリトールヘキサ(メタ)アクリレート、ポリエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、ポリプロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、エポキシアクリレート系オリゴマー、ポリエステルアクリレート系オリゴマー、ウレタンアクリレート系オリゴマーなどが挙げられる。

【0032】また、上記光活性官能基を有するアクリル系高分子量体からなる粘着剤に使用されるチキソトロビ一剤としては、上記光活性官能基を有するアクリル系高分子量体100重量部に対して、0.3～3重量部程度の添加が好ましい。上記チキソトロビ一剤としては、楠本化成社製の商品名#6900-20X、#6650、#305、#3800、日本エアロジル社製のエアロジル300、コーポケミカル社製の商品名SAN、STN、SEN、SPN等が挙げられる。

【0033】本発明の難燃性粘着テープは、難燃性の指標である酸素指数が23以上、好ましくは25以上であることが望ましい。この酸素指数が23未満では、可燃性となる場合があり、自己消化性が無くなる恐れがあるため、好ましくない。

【0034】また、粘着力は3N/10mm以上、好ましくは4N/10mm以上であることが望ましい。この粘着力が3N/10mm未満では、フィルムの貼り合わせなどの用途において、基材からの界面破壊を引き起こし、糊残りをする可能性があり、8N/10mmを超えると、超強粘着になるので、再剥離を行うときに、凝集破壊を引き起こし、糊残りるので、好ましくない。

【0035】本発明の難燃性粘着テープを製造する方法は、難燃剤を含む無溶剤型光硬化性粘着剤を基材上に5～500μm厚に塗工して形成した光硬化性粘着剤層を硬化する際に、不活性ガス雰囲気下、あるいは、透明な保護フィルムを上から被せながら、上記光硬化性粘着剤層を光照射により硬化させて作製するため、空気中の酸素による粘着剤層の表面硬化阻害を防止することができる。特に、透明な保護フィルムを被覆する場合には、硬化発熱によるモノマーの揮散を防止すると共に上記難燃性粘着テープの膜厚を均一にする。

【0036】この場合、粘着剤の塗工厚さは5μm以上、好ましくは50μm以上であることが望ましい。この粘着剤の塗工厚さが5μm未満では、難燃剤の粒径により薄くなるので、難燃性粘着テープは得られず、好まし

くない。また、塗工厚さが500μmを超えると、粘着テープの中に気泡が混入するため、好ましくない。

【0037】本発明の難燃性粘着テープは、難燃性が要求される用途に広く用いられるが、特に、ハロゲンガスにより悪影響を受け易い各種電子部品用に好適に用いられ、電子部品類に接着されて電子部品類を構成する。かかる電子部品類は特に限定されないが、例えば、トランスの層間絶縁や電磁シールドフィルムの貼り合わせなどが挙げられる。

【0038】

【実施例】本発明の難燃性粘着テープ及びその製造方法について、実施例によって具体的に説明する。但し、本発明の難燃性粘着テープ及びその製造方法はこれに限定されるものではない。なお、実施例及び比較例の記述中における「部」は重量部を表す。

【実施例1】アクリル酸共重合体27.5部、アクリル酸2-エチルヘキシル60部、アクリル酸12.5部の粘着剤組成に、無機コート赤リン難燃剤(日本化学工業社製、商品名:CP-A15F)を5部、分子内に二重結合を2個以上有する反応性モノマー(ヘキサンジオールアクリレート)を0.05部及び光重合開始剤イルガキュア819(チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社)0.3部を添加し、均一に混合して得た無溶剤型光硬化性粘着剤を、厚さ75μmのポリエステルフィルムに50μmになるように塗工して、透明な保護フィルムを重ね、光照射して難燃性粘着テープを得た。この難燃性粘着テープは、表1に示すとおり、優れた粘着基本特性と自己消火性を有していた。

【実施例2】アクリル酸共重合体27.5部、アクリル酸2-エチルヘキシル60部、アクリル酸12.5部の粘着剤組成に、無機コート赤リン難燃剤(日本化学工業社製、商品名:CP-A15F)を50部、分子内に二重結合を2個以上有する反応性モノマー(ヘキサンジオールアクリレート)を0.05部及び光重合開始剤イルガキュア819(チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社)0.3部を添加し、均一に混合して得た無溶剤型光硬化性粘着剤を、厚さ75μmのポリエステルフィルムに50μmになるように塗工して、透明な保護フィルムを重ね、光照射して難燃性粘着テープを得た。この難燃性粘着テープは、表1に示すとおり、優れた粘着基本特性と自己消火性を有していた。

【実施例3】アクリル酸共重合体28部、アクリル酸2-エチルヘキシル62部、アクリル酸10部の粘着剤組成に、無機コート赤リン難燃剤(日本化学工業社製、商品名:CP-A15F)を5部、水和アルミナ(昭和电工社製、商品名:H-21)を50部、分子内に二重結合を2個以上有する反応性モノマー(ヘキサンジオールアクリレート)を0.01部及び光重合開始剤イルガキュア819(チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社)0.3部を添加し、均一に混合して得た無溶剤型光硬化

性粘着剤を、厚さ $75\mu\text{m}$ のポリエステルフィルムに $50\mu\text{m}$ になるように塗工して、透明な保護フィルムを重ね、光照射して難燃性粘着テープを得た。この難燃性粘着テープは、表1に示すとおり、優れた粘着基本特性と自己消火性を有していた。

[実施例4] アクリル酸共重合体28部、アクリル酸2-エチルヘキシル62部、アクリル酸10部の粘着剤組成に、無機コート赤リン難燃剤（日本化学工業社製、商品名：CP-A15F）を5部、水和アルミナ（昭和電工社製、商品名：H-21）を200部、分子内に二重結合を2個以上有する反応性モノマー（ヘキサンジオールアクリレート）を0.01部及び光重合開始剤イルガキュア819（チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社）0.3部を添加し、均一に混合して得た無溶剤型光硬化性粘着剤を、厚さ $75\mu\text{m}$ のポリエステルフィルムに $50\mu\text{m}$ になるように塗工して、透明な保護フィルムを重ね、光照射して難燃性粘着テープを得た。この難燃性粘着テープは、表1に示すとおり、優れた粘着基本特性と自己消火性を有していた。

[実施例5] アクリル酸共重合体28部、アクリル酸2-エチルヘキシル62部、アクリル酸10部の粘着剤組成に、無機コート赤リン難燃剤（日本化学工業社製、商品名：CP-A15F）を20部、水和アルミナ（昭和電工社製、商品名：H-21）を10部、分子内に二重結合を2個以上有する反応性モノマー（ヘキサンジオールアクリレート）を0.01部及び光重合開始剤イルガキュア819（チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社）0.3部を添加し、均一に混合して得た無溶剤型光硬化性粘着剤を、厚さ $75\mu\text{m}$ のポリエステルフィルムに $100\mu\text{m}$ になるように塗工して、透明な保護フィルムを重ね、光照射して難燃性粘着テープを得た。この難燃性粘着テープは、表1に示すとおり、優れた粘着基本特性と自己消火性を有していた。

[実施例6] アクリル酸共重合体28部、アクリル酸2-エチルヘキシル62部、アクリル酸10部の粘着剤組成に、チキソトロビー剤（楠本化成社製、商品名：#305）1.5部、無機コート赤リン難燃剤（日本化学工業社製、商品名：CP-A15F）を20部、水和アルミナ（昭和電工社製、商品名：H-21）を50部、分子内に二重結合を2個以上有する反応性モノマー（ヘキサンジオールアクリレート）を0.01部及び光重合開始剤イルガキュア819（チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社）0.3部を添加し、均一に混合して得た無溶剤型光硬化性粘着剤を、厚さ $75\mu\text{m}$ のポリエステルフィルムに $50\mu\text{m}$ になるように塗工して、透明な保護フィルムを重ね、光照射して難燃性粘着テープを得た。この難燃性粘着テープは、表1に示すとおり、粘着基本特性と難燃性に優れていた。

[実施例7] アクリル酸共重合体28部、アクリル酸2-エチルヘキシル62部、アクリル酸10部の粘着剤組成に、チキソトロビー剤（楠本化成社製、商品名：#305）1.5部、無機コート赤リン難燃剤（日本化学工業社製、商品名：CP-A15F）を5部、水和アルミナ（昭和電工社製、商品名：H-21）を50部、分子内に二重結合を2個以上有する反応性モノマー（ヘキサンジオールアクリレート）を0.01部及び光重合開始剤イル

ガキュア819（チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社）0.3部を添加し、均一に混合して得た無溶剤型光硬化性粘着剤を、厚さ $75\mu\text{m}$ のポリエステルフィルムに $5\mu\text{m}$ になるように塗工して、透明な保護フィルムを重ね、光照射して難燃性粘着テープを得た。この難燃性粘着テープは、表1に示すとおり、優れた粘着基本特性と自己消火性を有していた。

[実施例8] アクリル酸共重合体28部、アクリル酸2-エチルヘキシル62部、アクリル酸10部の粘着剤組成に、チキソトロビー剤（楠本化成社製、商品名：#305）1.5部、無機コート赤リン難燃剤（日本化学工業社製、商品名：CP-A15F）を20部、水和アルミナ（昭和電工社製、商品名：H-21）を50部、分子内に二重結合を2個以上有する反応性モノマー（ヘキサンジオールアクリレート）を0.01部及び光重合開始剤イルガキュア819（チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社）0.3部を添加し、均一に混合して得た無溶剤型光硬化性粘着剤を、厚さ $75\mu\text{m}$ のポリエステルフィルムに $100\mu\text{m}$ になるように塗工して、透明な保護フィルムを重ね、光照射して難燃性粘着テープを得た。この難燃性粘着テープは、表1に示すとおり、粘着基本特性と難燃性に優れていた。

[実施例9] アクリル酸共重合体28部、アクリル酸2-エチルヘキシル62部、アクリル酸10部の粘着剤組成に、チキソトロビー剤（楠本化成社製、商品名：#305）1.5部、無機コート赤リン難燃剤（日本化学工業社製、商品名：CP-A15F）を20部、水和アルミナ（昭和電工社製、商品名：H-21）を50部、分子内に二重結合を2個以上有する反応性モノマー（ヘキサンジオールアクリレート）を0.01部及び光重合開始剤イルガキュア819（チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社）0.3部を添加し、均一に混合して得た無溶剤型光硬化性粘着剤を、厚さ $75\mu\text{m}$ のポリエステルフィルムに $150\mu\text{m}$ になるように塗工して、透明な保護フィルムを重ね、光照射して難燃性粘着テープを得た。この難燃性粘着テープは、表1に示すとおり、粘着基本特性と難燃性に優れていた。

[実施例10] アクリル酸共重合体28部、アクリル酸2-エチルヘキシル62部、アクリル酸10部の粘着剤組成に、無機コート赤リン難燃剤（日本化学工業社製、商品名：CP-A15F）を20部、水和アルミナ（昭和電工社製、商品名：H-21）を50部、分子内に二重結合を2個以上有する反応性モノマー（ヘキサンジオールアクリレート）を0.01部及び光重合開始剤イル

ガキュア819（チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社）0.3部を添加し、均一に混合して得た無溶剤型光硬化性粘着剤を、厚さ75μmのポリエステルフィルムに500μmになるように塗工して、透明な保護フィルムを重ね、光照射して難燃性粘着テープを得た。この難燃性粘着テープは、表1に示すとおり、粘着基本特性と難燃性に優っていた。

【実施例1】アクリル酸共重合体28部、アクリル酸2-エチルヘキシル62部、アクリル酸10部の粘着剤組成に、無機コート赤リン難燃剤（日本化学工業社製、商品名：CP-A15F）を50部、水和アルミナ（昭和電工社製、商品名：H-21）を200部、分子内に二重結合を2個以上有する反応性モノマー（ヘキサンジオールアクリレート）を0.01部及び光重合開始剤イルガキュア819（チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社）0.3部を添加し、均一に混合して得た無溶剤型光硬化性粘着剤を、厚さ75μmのポリエステルフィルムに500μmになるように塗工して、透明な保護フィルムを重ね、光照射して難燃性粘着テープを得た。この難燃性粘着テープは、表1に示すとおり、粘着基本特性と難燃性に優っていた。

【比較例1】アクリル酸共重合体27.5部、アクリル酸2-エチルヘキシル60部、アクリル酸12.5部の粘着剤組成に、分子内に二重結合を2個以上有する反応性モノマー（ヘキサンジオールアクリレート）を0.05部及び光重合開始剤イルガキュア819（チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社）0.3部を添加し、均一に混合して得た無溶剤型光硬化性粘着剤を、厚さ75μmのポリエステルフィルムに500μmになるように塗工して、透明な保護フィルムを重ね、光照射して難燃性粘着テープを得た。この粘着テープは、表1に示すとおり、粘着基本特性と難燃性に優っていたが、難燃性に劣っていた。

【比較例2】アクリル酸共重合体27.5部、アクリル酸2-エチルヘキシル60部、アクリル酸12.5部の粘着剤組成に、水和アルミナ（昭和電工社製、商品名：H-21）を100部、分子内に二重結合を2個以上有する反応性モノマー（ヘキサンジオールアクリレート）を0.05部及び光重合開始剤イルガキュア819（チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社）0.3部を添加し、均一に混合して得た無溶剤型光硬化性粘着剤を、厚さ75μmのポリエステルフィルムに500μmになるように塗工して、透明な保護フィルムを重ね、光照射して難燃性粘着テープを得た。この粘着テープは、表1に示すとおり、粘着基本特性と難燃性に劣っていた。

【比較例3】アクリル酸共重合体27.5部、アクリル

酸2-エチルヘキシル60部、アクリル酸12.5部の粘着剤組成に、ポリリン酸アンモニウム（住友化学社製、商品名：スミセーフP）を100部、分子内に二重結合を2個以上有する反応性モノマー（ヘキサンジオールアクリレート）を0.05部及び光重合開始剤イルガキュア819（チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社）0.3部を添加し、均一に混合して得た無溶剤型光硬化性粘着剤を、厚さ75μmのポリエステルフィルムに500μmになるように塗工して、透明な保護フィルムを重ね、光照射して難燃性粘着テープを得た。この粘着テープは、表1に示すとおり、自己消火性を有していたが、粘着基本特性に劣っていた。

【比較例4】アクリル酸共重合体27.5部、アクリル酸2-エチルヘキシル60部、アクリル酸12.5部の粘着剤組成に、水和アルミナ（昭和電工社製、商品名：H-21）を50部、ポリリン酸アンモニウム（住友化学社製、商品名：スミセーフP）を50部、分子内に二重結合を2個以上有する反応性モノマー（ヘキサンジオールアクリレート）を0.05部及び光重合開始剤イルガキュア819（チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社）0.3部を添加し、均一に混合して得た無溶剤型光硬化性粘着剤を、厚さ75μmのポリエステルフィルムに500μmになるように塗工して、透明な保護フィルムを重ね、光照射して難燃性粘着テープを得た。この粘着テープは、表1に示すとおり、自己消火性を有していたが、粘着基本特性に劣っていた。

【比較例5】アクリル酸共重合体27.5部、アクリル酸2-エチルヘキシル60部、アクリル酸12.5部の粘着剤組成に、水和アルミナ（昭和電工社製、商品名：H-21）を50部、芳香族縮合リン酸エステル（大八化学工業社製、商品名：PX-200）を50部、分子内に二重結合を2個以上有する反応性モノマー（ヘキサンジオールアクリレート）を0.05部及び光重合開始剤イルガキュア819（チバ・スペシャリティ・ケミカルズ社）0.3部を添加し、均一に混合して得た無溶剤型光硬化性粘着剤を、厚さ75μmのポリエステルフィルムに500μmになるように塗工して、透明な保護フィルムを重ね、光照射して難燃性粘着テープを得た。この粘着テープは、表1に示すとおり、粘着基本特性と難燃性に劣っていた。

【0039】得られた難燃性粘着テープの諸特性を以下の方法で測定し、その結果を表1に示した。

【0040】

【表1】

表1

| | 接着剤 | 重量部 | 粘着力 (N/10mm) | | 剪断保持力 | 膜厚 (μ) | 酸素指数 |
|-------|---------------------|--------|--------------|-----|-------|-----------|------|
| | | | 1面 | 2面 | | | |
| 実施例1 | 赤リン | 5 | 4.0 | 3.9 | ○ | 60 | 23 |
| 実施例2 | 赤リン | 50 | 3.5 | 3.2 | ○ | 50 | 25 |
| 実施例3 | 赤リン/水和アルミナ | 5/50 | 3.5 | 3.2 | ○ | 50 | 23 |
| 実施例4 | 赤リン/水和アルミナ | 6/200 | 3.0 | 3.1 | ○ | 50 | 27 |
| 実施例5 | 赤リン/水和アルミナ | 20/10 | 4.0 | 3.9 | ○ | 100 | 25 |
| 実施例6 | 赤リン/水和アルミナ | 20/50 | 3.2 | 3.2 | ○ | 50 | 29 |
| 実施例7 | 赤リン/水和アルミナ | 5/50 | 8.0 | 3.0 | ○ | 5 | 23 |
| 実施例8 | 赤リン/水和アルミナ | 20/50 | 4.2 | 4.0 | ○ | 100 | 29 |
| 実施例9 | 赤リン/水和アルミナ | 20/50 | 6.5 | 6.5 | ○ | 150 | 29 |
| 実施例10 | 赤リン/水和アルミナ | 20/50 | 8.0 | 7.5 | ○ | 500 | 29 |
| 実施例11 | 赤リン/水和アルミナ | 50/200 | 3.2 | 3.1 | ○ | 500 | 29 |
| 比較例1 | 無添加 | 0 | 4.2 | 4.3 | ○ | 60 | 16 |
| 比較例2 | 水和アルミナ | 100 | 2.0 | 2.3 | ○ | 60 | 21 |
| 比較例3 | ポリリン酸アンモニウム | 100 | 2.3 | 2.1 | ○ | 60 | 23 |
| 比較例4 | ポリリン酸アンモニウム/水和アルミナ | 50/50 | 2.0 | 2.0 | ○ | 50 | 25 |
| 比較例5 | 芳香族結合リン酸エステル/水和アルミナ | 50/50 | 1.9 | 1.8 | ○ | 50 | 21 |

【粘着力】JIS Z 0237-1991の方法に準じ、被着体のステンレス板に、上記難燃性粘着テープ試験片の粘着面をかるく貼り、ポリエスチルフィルムを介して、試験片の上から2kgのローラーで圧着し、粘着テープを貼り合わせた後、20分後、アイコード引張試験機にて剥離速度300mm/分にて180度引き剥がし粘着力を測定した。

【0041】【保持力】JIS Z 0237の方法に準じ、被着体のステンレス板に、上記難燃性粘着テープ試験片の粘着面を25mm×25mmの面積が接触するよう貼りつけ、アルミ箔を介して、試験片の上から5kgのローラーで圧着し、72時間放置後、その下端に1kgの荷重をかけ、80°Cにて、24時間放置後、落下しないものを○、落下したものを×とした。

【0042】【酸素指数】ゆるやかに上昇する酸素と窒素の混合ガスの中で、ローソクの炎の様に材料が燃え続ける条件の下で、酸素濃度を減少させていく、辛うじて燃え続けることのできる酸素濃度を限界酸素指数という。これを測定することにより、高分子材料の燃焼性を測定することができる。難燃性の目安として、酸素指数22以下のものを可燃性、酸素指数23~27のものを自己消火性、酸素指数28以上のものを難燃性としており、一般的には、自己消火性以上のものを難燃性を有するという。尚、酸素指数の測定は、JIS K7201の方法に準じた。

【0043】

【発明の効果】以上、説明したように、本発明は、少なくとも(メタ)アクリル酸アルキルエステル単量体と、極性基含有单量体と、光活性官能基を有するアクリル系高分子量体と、光重合開始剤とを主成分とする光硬化性粘着剤中に、難燃剤を添加した無溶剤型光硬化性粘着剤を基材上に塗工してなる難燃性粘着テープにおいて、上記光硬化性粘着剤100重量部に対して、上記難燃剤として、リン系化合物を5~50重量部と水和アルミナを10~200重量部配合しているため、より難燃性に優れた難燃性粘着テープを得ることができる。

【0044】また、本発明は、少なくとも(メタ)アクリル酸アルキルエステル単量体と、極性基含有单量体と、光活性官能基を有するアクリル系高分子量体と、光重合開始剤とを主成分とする光硬化性粘着剤中に、難燃剤を添加した無溶剤型光硬化性粘着剤を基材上に塗工してなる難燃性粘着テープにおいて、上記光硬化性粘着剤100重量部に対して、上記難燃剤として、リン系化合物を5~50重量部と水和アルミナを10~200重量部配合しているため、より難燃性に優れた難燃性粘着テープを得ることができる。

【0045】また、本発明は、少なくとも(メタ)アクリル酸アルキルエステル単量体と、極性基含有单量体と、光活性官能基を有するアクリル系高分子量体と、光重合開始剤とを主成分とする光硬化性粘着剤中に、難燃剤を添加した無溶剤型光硬化性粘着剤を基材上に塗工してなる難燃性粘着テープにおいて、上記光硬化性粘着剤100重量部に対して、上記難燃剤として、無機コートを施した安定化赤リン難燃剤を5~50重量部配合しているため、難燃性に優れた難燃性粘着テープを得ることができる。

【0046】また、本発明は、少なくとも(メタ)アクリル酸アルキルエステル単量体と、極性基含有单量体と、光活性官能基を有するアクリル系高分子量体と、光重合開始剤とを主成分とする光硬化性粘着剤中に、難燃剤を添加した無溶剤型光硬化性粘着剤を基材上に塗工してなる難燃性粘着テープにおいて、上記光硬化性粘着剤100重量部に対して、上記難燃剤として、無機コートを施した安定化赤リン難燃剤を5~50重量部と水和アルミナを10~200重量部配合しているため、より難燃性に優れた難燃性粘着テープを得ることができる。

【0047】また、これらの場合、酸素指数が23以上、且つ、粘着力が3~8N/10mmであるため、難燃性に優れ、且つ、粘着力や保持力等の粘着基本特性に優れた難燃性粘着テープを得ることができる。

【0048】また、上記難燃性粘着テープの製造方法において、上記難燃剤を含む上記無溶剤型光硬化性粘着剤

を基材上に5～500μm厚に塗工して形成した光硬化性粘着剤層を硬化する際に、不活性ガス雰囲気下、あるいは、透明な保護フィルムを上から被せながら、上記光硬化性粘着剤層を光照射により硬化させるため、空気中

の酸素による粘着剤層の表面硬化阻害を防止することができる。特に、透明な保護フィルムを被覆する場合には、硬化発熱によるモノマーの揮散を防止すると共に上記難燃性粘着テープの膜厚を均一にする。

フロントページの続き

(72)発明者 酒井 貴広
神奈川県川崎市多摩区登戸3819番地 株式
会社スリオンテック内

F ターム(参考) 4H028 AA07 AA12 AA42 AB02 AB04
BA04
4J004 AA10 AA18 AB01 AB07
4J040 DF011 DF021 DF061 HA276
JB08 JB09 KA07 KA13 KA36